

Please type a plus sign (+) inside this box → ☐

Approved for use through 09/30/2000. OMB 0651-0032  
Patent and Trademark Office: U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE

Under the Paperwork Reduction Act of 1995, no persons are required to respond to a collection of information unless it displays a valid OMB control number.

# UTILITY PATENT APPLICATION TRANSMITTAL

(Only for new nonprovisional applications under 37 C.F.R. § 1.53(b))

Attorney Docket No. 612.38836X00

First Inventor or Application Identifier Annie AUDIBERT

Title See 1 in Addendum

Express Mail Label No.

## APPLICATION ELEMENTS

See MPEP chapter 600 concerning utility patent application contents.

ADDRESS TO: Assistant Commissioner for Patents  
Box Patent Application  
Washington, DC 20231

1. ☒ \* Fee Transmittal Form (e.g., PTO/SB/17)  
(Submit an original and a duplicate for fee processing)

2. ☒ Specification [Total Pages 23] 1  
(preferred arrangement set forth below)

- Descriptive title of the Invention
- Cross References to Related Applications
- Statement Regarding Fed sponsored R & D
- Reference to Microfiche Appendix
- Background of the Invention
- Brief Summary of the Invention
- Brief Description of the Drawings (if filed)
- Detailed Description
- Claim(s)
- Abstract of the Disclosure

3. ☒ Drawing(s) (35 U.S.C. 113) [Total Sheets 1] 1

4. Oath or Declaration [Total Pages ] 1

- a. ☐ Newly executed (original or copy)
- b. ☐ Copy from a prior application (37 C.F.R. § 1.63(d))  
(for continuation/divisional with Box 16 completed)
- i. ☐ DELETION OF INVENTOR(S)  
Signed statement attached deleting  
inventor(s) named in the prior application,  
see 37 C.F.R. §§ 1.63(d)(2) and 1.33(b).

\* NOTE FOR ITEMS 1 & 13 IN ORDER TO BE ENTITLED TO PAY SMALL ENTITY  
FEES, A SMALL ENTITY STATEMENT IS REQUIRED (37 C.F.R. § 1.27), EXCEPT  
IF ONE FILED IN A PRIOR APPLICATION IS RELIED UPON (37 C.F.R. § 1.28).

5. ☐ Microfiche Computer Program (Appendix)

6. Nucleotide and/or Amino Acid Sequence Submission  
(if applicable, all necessary)

- a. ☐ Computer Readable Copy
- b. ☐ Paper Copy (identical to computer copy)
- c. ☐ Statement verifying identity of above copies

## ACCOMPANYING APPLICATION PARTS

7. ☐ Assignment Papers (cover sheet & document(s))

8. ☐ 37 C.F.R. § 3.73(b) Statement ☐ Power of  
(when there is an assignee) Attorney

9. ☐ English Translation Document (if applicable)

10. ☐ Information Disclosure ☐ Copies of IDS  
Statement (IDS)/PTO-1449 Citations

11. ☐ Preliminary Amendment

12. ☒ Return Receipt Postcard (MPEP 503)  
(Should be specifically itemized)

13. ☐ \* Small Entity ☐ Statement filed in prior application  
Statement(s) Status still proper and desired  
(PTO/SB/09-12)

14. ☐ Certified Copy of Priority Document(s)  
(if foreign priority is claimed)

15. ☒ Other: Figs. 1-2

16 If a CONTINUING APPLICATION, check appropriate box, and supply the requisite information below and in a preliminary amendment:

☐ Continuation ☐ Divisional ☐ Continuation-in-part (CIP) of prior application No: \_\_\_\_\_

Prior application information: Examiner \_\_\_\_\_ Group / Art Unit: \_\_\_\_\_

For CONTINUATION or DIVISIONAL APPS only: The entire disclosure of the prior application, from which an oath or declaration is supplied under Box 4b, is considered a part of the disclosure of the accompanying continuation or divisional application and is hereby incorporated by reference. The incorporation can only be relied upon when a portion has been inadvertently omitted from the submitted application parts.

## 17. CORRESPONDENCE ADDRESS

☒ Customer Number or Bar Code Label

020457

or ☐ Correspondence address below

(Insert Customer No. or Attach bar code label here)

Name

Address

City

State

Zip Code

Country

Telephone

Fax

Name (Print/Type) Ronald J. Shore

Registration No. (Attorney/Agent)

28,577

Signature

Date

July 28, 2000

Burden Hour Statement: This form is estimated to take 0.2 hours to complete. Time will vary depending upon the needs of the individual case. Any comments on the amount of time you are required to complete this form should be sent to the Chief Information Officer, Patent and Trademark Office, Washington, DC 20231. DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS. SEND TO: Assistant Commissioner for Patents, Box Patent Application, Washington, DC 20231.

# BREVET D'INVENTION

\*\*\*\*\*

## INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE FINA RESEARCH S.A.

\*\*\*\*\*

### METHODE ET FLUIDE POUR CONTROLER LA SATURATION D'UNE FORMATION AUX ABORDS D'UN PUIT

\*\*\*\*\*

Invention de Annie AUDIBERT, Jean-François ARGILLIER, Daniel LONGERON,  
Carine DEWATTINES et Michel JANSSEN

\*\*\*\*\*

### ABREGE DESCRIPTIF

- La présente invention concerne une méthode et un fluide pour forer ou intervenir dans un puits traversant une formation poreuse et perméable, dans laquelle un fluide de puits à base d'eau est en circulation dans ledit puits. Dans la méthode, on ajoute au fluide, en sus des constituants conventionnels pour un tel fluide, au plus 10% en poids d'une composition obtenue à partir d'une graisse, ou huile, et d'un alcool, les longueurs de chaînes des parties acide et alcool sont choisies telles que l'ester ainsi obtenu présente une dispersion suffisante dans l'eau, une compatibilité avec lesdits constituants, ne forme pas d'émulsion avec l'huile du réservoir et s'adsorbe suffisamment sur la formation poreuse.

- Figure 1 à publier.

5 La présente invention concerne le domaine du forage, ou plus généralement, le domaine des opérations qui nécessitent la circulation d'un fluide dans un puits foré, ledit fluide étant en contact avec les parois rocheuses poreuses et perméables. Pendant ces opérations, le fluide en circulation pénètre plus ou moins dans l'épaisseur de la paroi en fonction de l'efficacité plus ou moins grande des additifs  
10 réducteurs de filtrat que l'on peut éventuellement ajouter au fluide. Il est connu que le « filtrat » (volume de fluide ayant pénétré dans la roche) peut provoquer un colmatage plus ou moins sévère de la paroi du puits. Si le puits traverse une zone productrice d'hydrocarbures, la productivité peut en être gravement affectée. La présente invention propose un fluide et une méthode pour forer un puits, ou  
15 intervenir dans un drain destiné à la mise en production d'une formation productrice d'hydrocarbures, tout en favorisant l'écoulement de ces hydrocarbures vers le puits.

Le fluide utilisé lors du forage d'un puits circule au droit de la formation en surpression par rapport à la pression de la formation. Ceci permet de limiter les phénomènes de venue et de contrôler la stabilité des parois du puits. Des  
20 phénomènes de filtration ont lieu et entraînent la formation d'un cake de filtration. Selon les conditions de circulation (arrêt ou non de circulation de la boue dans le puits), un cake externe et interne ou un cake interne seul est formé lors de la période dite de « spurt ». Ce cake de très faible perméabilité permet de protéger la formation

et en particulier la roche réservoir de l'invasion par les constituants de la boue de forage. Toutefois, des travaux réalisés récemment (A. Audibert, J-F Argillier, H. Ladva, Way P., Hove A. « Role of Polymers on Formation Damage » SPE 54767 présenté au SPE Formation Damage, La Haye, 1999) mettent en évidence la formation d'une zone, au delà du cake interne, envahie par certains composants de la boue. En particulier, dans le cas d'un réservoir à huile, foré en boue à l'eau, on observe l'invasion du réservoir au delà du cake interne par une fraction des polymères contenus dans la boue. Ces polymères hydrophiles non retenus dans le cake s'adsorbent alors dans les pores de la roche diminuant ainsi la perméabilité à l'huile de la roche. Ce phénomène est d'autant plus important que l'on se trouve aux abords du puits et ceci entraîne aux abords du puits l'augmentation de la saturation en eau.

L'invention s'applique avantageusement aux formulations de boue à l'eau proposées pour la traversée des réservoirs, plus généralement appelés « drill-in fluids » (décrits par exemple dans le document : « Drill In Fluids Control Formation Damage » de Halliday W.S., World Oil -Dec 1994, 43-47).

Les fluides de puits sont des fluides complexes qui ont pour principales fonctions de, notamment, participer au nettoyage du puits en cours de forage ou déjà foré (fluides de complétion), appliquer une pression hydraulique suffisante pour assurer la sécurité du puits, stabiliser les parois du puits, lubrifier les trains de tubes ou de tiges, ou permettre la mise en place des équipements de fond ou la mise en œuvre de procédé de production (fluides de complétion). Pour réaliser ces fonctions, le fluide de base, ici de l'eau, est additivé de produits spécifiques pour régler, par

exemple, la rhéologie, la masse volumique, la capacité de nettoyage, le réglage du filtrat. On ne connaît pas d'additif de fluide de puits ayant une action directe sur la saturation de la roche en contact avec le fluide.

Ainsi, la présente invention concerne un procédé de forage ou d'intervention  
5 dans lequel on effectue une circulation d'un fluide dans un puits foré dans une roche réservoir d'hydrocarbures. Le fluide est à base d'eau et comprend tous les additifs nécessaires aux fonctions d'un fluide de forage et/ou d'interventions, et une quantité suffisante, au plus 10% en poids, de préférence inférieure à 5%, d'une composition additive à base d'ester obtenue par glycérolyse, par estérification directe ou par  
10 transestérification à partir d'une graisse (ou d'une huile) et d'un alcool.

On utilise de tels additifs de façon classique en récupération secondaire ou tertiaire lors du balayage du réservoir. Ces phases de récupération ont lieu lors de la production d'un réservoir après les phases de récupération dites primaires. Ces additifs sont ajoutés à une solution de polymère ou en pré flush de façon à réduire la  
15 tension interfaciale eau-huile et à améliorer la récupération ultime d'huile par balayage. De manière surprenante, l'utilisation de tels additifs dans les fluides de forage et/ou d'interventions permet de réduire et de prévenir l'endommagement du réservoir pendant les phases de forage et/ou d'interventions dans les puits forés dans des roches réservoirs d'hydrocarbures. Bien entendu, la nature de ces additifs est  
20 déterminée compte tenu de la nature particulière des fluides de puits à base d'eau qui comprennent d'autres additifs avec lesquels l'additif selon l'invention doit être compatible, c'est à dire ne pas entraver les fonctions des autres additifs ou composants du fluide de puits.

L'ester de la présente invention est obtenu par glycérolyse, par estérification directe ou par transestérification à partir d'une graisse (ou d'une huile) et d'un alcool. Toutes les graisses végétales ou animales peuvent convenir, dans la mesure où elles ont une longueur de chaîne comprise entre C6 et C22 et de préférence comprise entre C6 et C12.

En tant que graisse (ou huile), il faut comprendre aussi bien les triglycérides que les acides gras et les esters méthyliques. Toute la gamme équivalente du ricin doit également être comprise.

Pour ce qui concerne les alcools de la présente invention, ils comprennent les

10 diols, triols, polyols, ainsi que les polyalcoxydes mixtes.

On peut citer en particulier :

- Le glycérol :  $\text{HOCH}_2 - \text{CHOH} - \text{CH}_2\text{OH}$  ;

- Le polyglycérol

$$\text{HOCH}_2 - \text{CHOH} - \text{CH}_2 - (\text{OCH}_2 - \text{CHOH} - \text{CH}_2)_n - \text{OCH}_2 - \text{CHOH} - \text{CH}_2\text{OH},$$

avec  $n$  compris entre 1 et 8, et de préférence entre 1 et 4 ;

- L'éthylène glycol :  $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  ;

- Le polyéthylène glycol :  $\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}$ ,

avec  $n$  compris entre 2 et 30, et de préférence entre 2 et 12 ;

20 - Le propylène glycol :  $\text{CH}_3 - \text{CHOH} - \text{CH}_2\text{OH}$  ;

- Le polypropylène glycol :  $\text{H}(\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2)_n\text{OH}$ ,

avec  $n$  compris entre 2 et 30, et de préférence entre 2 et 12 ;

- Les mélanges polyéthylène glycol – polypropylène glycol.

La composition additive selon l'invention permet de réunir les différentes propriétés nécessaires à son efficacité maximale, en particulier ce qui concerne la  
5 modification de mouillabilité de la roche.

Autrement dit, la composition additive présente les caractéristiques suivantes :

- une bonne dispersion dans l'eau du fluide de puits, c'est à dire une solubilité suffisante dans l'eau, même si elle n'est pas totale,
- une très bonne compatibilité avec le fluide à base d'eau, c'est à dire qu'elle  
10 n'interfère pas avec les propriétés requises par la boue, apportées par d'autres composés ou additifs,
- passe directement dans le filtrat, c'est à dire n'est pas retenue ou bloquée dans le cake éventuellement formé sur la paroi du puits,
- ne forme pas d'émulsion avec l'huile du réservoir,
- 15 - et s'adsorbe suffisamment sur la roche.

L'additif selon l'invention peut être utilisé sous forme concentrée (par exemple à environ 1 g/l) ou encore dilué dans une huile solvant (une huile végétale ou animale décrite ci-dessus).

20 La présente invention sera mieux comprise et ses avantages apparaîtront plus clairement à la lecture de la description suivante d'exemples, nullement limitatifs, illustrés par les figures ci-annexées, parmi lesquelles :

- La figure 1 montre les moyens d'essais sur un échantillon de roche poreuse ;

- La figure 2 montre en coupe le dispositif de visualisation de l'étalement d'une goutte.

5 Le polyglycérol que nous avons utilisé dans les exemples ci-dessous a la composition suivante:

- glycérol: +/- 27% (entre 24 et 30%)
- diglycérol: +/- 31 % (entre 28 et 34%)
- triglycérol: +/- 23% (entre 20 et 26%)
- 10 ➤ tétraglycérol: +/- 12 % (entre 9 et 15%)
- pentaglycérol: +/- 7% (entre 4 et 10%)

c'est à dire qu'il présente un degré de polymérisation compris entre 2 et 3, de préférence de +/- 2,5.

Il est ensuite estérifié avec une stoechiométrie mole/mole avec un acide gras  
15 C8-C10 pour arriver à une répartition majoritaire de polyglycérol mono C8-C10, dénommé ci-dessous PG 8/10. Par acide gras C8-C10, il faut comprendre acide industriel comprenant essentiellement des acides C8 ou C10, mais pouvant aussi contenir des quantités faibles d'acides plus lourds ou plus légers, ceci résultant du procédé de fabrication.

## 20 **Essais en milieux poreux :**

Les essais ou expériences en milieu poreux ont pour objectif de simuler le passage du filtrat dans une roche réservoir et d'étudier l'interaction de celui-ci sur les saturations en place dans la roche. Deux types d'expérience sont effectués:



(i) simulation du passage d'un filtrat reconstitué à travers la roche;

(ii) simulation d'une filtration complète d'une boue à l'eau à travers une roche.

Dans les deux cas, on observe le changement de saturation en eau résiduelle de la roche, ainsi que la perméabilité à l'huile dans le sens opposé au sens de filtration (en retour ou « back flow »).

Le dispositif expérimental est représenté schématiquement sur la figure 1.

Le milieu poreux 2 est placé dans une cellule Hassler 1. Une pression de confinement de 2 MPa est appliquée sur le milieu à l'aide d'une capote 3 de sertissage. On peut faire circuler à l'intérieur du milieu poreux de la saumure, de l'huile ou une simulation de filtrat. Le débit de la solution injectée est contrôlé à l'aide d'une pompe à piston 4 de type Pharmacia. Un capteur 5 de pression différentielle est placé entre l'entrée et la sortie de la cellule. Le dispositif est relié à un ordinateur 6 qui permet entre autres le calcul de la perméabilité de la roche au liquide injecté.

La carotte 2 est constituée de grès de Clashack pour les expériences (i) ou grès de Vosges pour les expériences (ii). Elle a les dimensions suivantes : longueur : 60 mm, section : 32,7 mm, volume de pore  $V_p$  de l'ordre de  $8,5 \text{ cm}^3$ , porosité de l'ordre de 17%.

Le mode opératoire est le suivant :

(i) simulation du passage à travers la roche d'un filtrat reconstitué

Trois étapes sont nécessaires :

1) Mise en place des conditions initiales :

Le milieu poreux doit être dans des conditions proches de celles du réservoir. Il faut donc saturer la carotte à la saumure, puis à l'huile :

5           (a)       *Saturation de la roche à la saumure* : la carotte est saturée dans un dessiccateur tirant sous vide, puis elle est placée sous 2 MPa de pression de confinement et parcourue par de la saumure (40 g/L NaCl, 5 g/L KCl) à 10 cm<sup>3</sup>/h pendant 48h avec 10 bars de pression de pores.

10           (b)       *Mesure de la perméabilité à la saumure* : la carotte est traversée par de la saumure à différents débits (Q : 300, 200, 100 cm<sup>3</sup>/h) et on mesure la différence de pression ( $\Delta P$ ) entre les extrémités du milieu poreux. La pente de la droite  $Q = f(\Delta P)$  permet de calculer la perméabilité de la roche à la saumure  $K_w$  (en milli Darcy).

15           (c)       *Mesure de la perméabilité à l'huile* : injection d'huile SOLTROL 130 (huile raffinée de viscosité 0,7 mPa.s à 80°C) à 10 cm<sup>3</sup>/h pendant 24h , puis augmentation progressive du débit de 100 cm<sup>3</sup>/h à 500 cm<sup>3</sup>/h. Le volume d'eau recueilli permet de calculer le taux de saturation de l'huile ( $S_o$ ) et de l'eau ( $S_w$ ).

20           La carotte est ensuite traversée par de l'huile à différents débits (300, 200, 100 cm<sup>3</sup>/h) et on mesure la pression différentielle  $\Delta P$ . La pente de la droite  $Q = f(\Delta P)$  permet de calculer la perméabilité de la roche à l'huile  $K_o$  (en milli Darcy).

2) Phase d'invasion par le filtrat

On injecte de la solution simulant le filtrat à  $10 \text{ cm}^3/\text{h}$  (saumure ou saumure + additif ou saumure + polymères ou saumure + polymères + additif). Le volume d'huile recueilli permet de calculer les nouveaux taux de saturation de l'eau et de l'huile.

5 3) Phase de simulation de mise en production du puits :

On simule la mise en production du puits en injectant de l'huile à  $10 \text{ cm}^3/\text{h}$  en back flow (c'est à dire dans le sens inverse de l'injection du filtrat). Le volume d'eau recueilli permet de calculer les nouveaux taux de saturation de l'eau et de l'huile  $S_w$  et  $S_o$ . La carotte est ensuite traversée par de l'huile à différents débits (300, 200, 100  
10  $\text{cm}^3/\text{h}$ ) et on mesure la pression différentielle  $\Delta P$ . La pente de la droite  $Q = f(\Delta P)$  permet de calculer la perméabilité de la roche à l'huile  $Ko_i$  (en mD).

(ii) Filtration d'une boue à l'eau à travers la roche

1 *Mise en place des conditions initiales : on procède comme précédemment.*

15 2 *Filtration dynamique (600 s-1) en pression (3,5 MPa) et température :*

La carotte, une fois saturée dans les conditions d'un réservoir, est placée dans une cellule de filtration dynamique. On filtre alors une boue de forage à base d'eau et lors de la filtration, il y a formation d'un cake externe et interne. Cette expérience est plus proche des conditions réelles puisque la carotte est traversée par un filtrat réel de  
20 boue à l'eau et non une simple simulation de filtrat.

### 3 Mise en production du puits :

La carotte est ensuite transférée dans la cellule Hassler et on mesure comme précédemment, par injection d'huile en « back-flow », les saturations à l'eau et l'huile et la perméabilité retour à l'huile.

5

#### Exemple 1 : Modification des saturations (saumure et saumure plus additif)

Les essais consistent à injecter dans un milieu poreux préalablement saturé en présence d'eau et d'huile dans des conditions  $S_{wi}$  (saturation en eau initiale) une saumure dans laquelle est ajoutée ou non l'additif selon l'invention (essai de type

10 (i)).

Les résultats sont indiqués dans le tableau suivant :

	Sw (%)	Ko (mD)
Saturation à la saumure	100	
15 Injection d'huile	18,1	775 (Conditions
initiales)		

Après injection de filtrat (Imbibition) 55.5

Après back flow à l'huile Soltrol 15.8 850

où :

20  $S_w$  est la saturation en eau (pourcentage en eau contenue dans le volume de pore).

$K_o$  est la perméabilité de la carotte à l'huile exprimée en millidarcy.

(en unité SI, on appliquera la conversion : 1 Darcy =  $9,87 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2$ )

En présence de 0,1 g/l d'additif PG8/10 dans la saumure, les résultats deviennent :

		Sw (%)	Ko (mD)
5	Saturation à la saumure	100	
	Injection d'huile	16	630 (Conditions
	initiales)		
	Après injection de filtrat (Imbibition)	36,7	
	Après backflow à l'huile Soltrol	0	763

10

Ces essais de filtration montre que l'addition de 0,1 g/l de l'additif PG8/10 permet de chasser la grande majorité de l'eau résiduelle. L'ajout de l'additif dans une saumure injectée en milieu poreux permet donc de modifier les saturations dans le sens d'un déplacement de l'eau résiduelle, et donc vers de plus grandes saturations en

15 huile. Notons qu'on observe aussi une augmentation de la perméabilité à l'huile après back flow.

Exemple 2 : Modification des saturations (saumure contenant en plus du polymère)

20

On effectue les mêmes expériences en présence de polymère (polyacrylamide PAM) à 0,5 g/l afin de se rapprocher de la composition réelle d'un filtrat de boue à base d'eau. En présence de PAM seul, il n'y a pas de modification de la saturation en eau résiduelle. En revanche, la perméabilité à l'huile est diminuée à cause de

l'adsorption du polymère sur la roche et du colmatage des pores de celle-ci par les agrégats de polymère. Comme on le voit dans l'exemple suivant, en ajoutant le PG8/10, la majorité de l'eau résiduelle est chassée. Notons aussi que la diminution de la perméabilité à l'huile de la roche est moins importante qu'en présence de PAM

5 seul.

		Sw (%)	Ko (mD)
	Saturation à la saumure	100	
	Injection d'huile	17,5	810 (Conditions
	initiales)		
10	Après injection de filtrat (Imbibition)	50,4	(+ 0,5 g/l de PAM)
	Après back flow à l'huile Soltrol	15	693

En présence de 0,1 g/l de PG8/10 dans la saumure, les résultats deviennent :

		Sw (%)	Ko (mD)
15	Saturation à la saumure	100	
	Injection d'huile	15	738 (Conditions
	initiales)		
	Après injection de filtrat (Imbibition)	40,6	
	Après back flow à l'huile Soltrol	1	680

20

On peut donc en conclure que même en présence de polymères, l'addition de PG8/10 chasse la majorité de l'eau résiduelle et permet de limiter la réduction de perméabilité à l'huile.

Exemple 3 : Modification des saturations (formulation complète)

Pour se placer dans des conditions plus réelles, on effectue une filtration dynamique, puis on simule la remise en production du puits (essai de type (ii)). La  
5 formulation de boue à base d'eau est appelée FLOPRO, proposée par la Société MI (USA), dont la composition est la suivante :

**FLOPRO :**

	FLOVIS	6 g/l	(Xanthane - viscosifiant)
	FLOTROL	7 g/l	(Amidon – réducteur de
10	filtrat)		
	HY-MOD PRIMA	28,5 g/l	(Argile de charge)
	NaCl	20 g/l	
	KCl	20 g/l	
	IDCARB 75	360 g/l	(Carbonate)
15	pH =8		

Les résultats sont les suivants :

		Sw (%)	Ko (mD)
	Saturation à la saumure	100	
20	Injection d'huile	36,8	1047 (Conditions
	initiales)		
	Après injection de la boue (Imbibition)	73	(FLOPRO)
	Après backflow à l'huile Soltrol	53	645

En présence de 0,1 g/l de PG8/10 dans la saumure, les résultats deviennent :

	Sw (%)	Ko (mD)
Saturation à la saumure	100	
5 Injection d'huile	32,6	1283 (Conditions
initiales)		
Après injection de la bouc (Imbibition)	57	(FLOPRO)
Après backflow à l'huile Soltrol	28,6	845

10 Ces essais réalisés sur une formulation complète confirme les bons résultats obtenus sur les saturations (on obtient une saturation en eau résiduelle après back flow d'huile de 29% en présence de 1 g/l de PG8/10, au lieu de 53% sans additif).

Exemple 4 : Etalement d'une goutte

15 On cherche à mettre en évidence l'effet de l'additif sur la mouillabilité de la roche. Pour cela, on observe l'étalement d'une goutte d'huile sur la surface d'une roche (grès de Claschach) immergée dans une solution aqueuse salée contenant, ou ne contenant pas de l'additif selon l'invention.

Le dispositif expérimental (figure 2) est constitué d'un cristalliseur 10  
20 contenant une solution aqueuse 11 (40 g/l NaCl, 5 g/l KCl), d'un support de roche 12, d'une rondelle de roche 13, d'une goutte d'huile 14 (Soltrol) déposée à l'aide d'une seringue 15.



Le mode opératoire est le suivant : une tranche de roche de type grès de Claschach est maintenue suspendue dans une solution aqueuse salée contenant ou non l'additif. Après une immersion d'environ 40 secondes, une goutte de d'huile Soltrol colorée par du bleu de soudan est introduite au niveau de la surface de la roche à l'aide d'une aiguille. On observe alors la forme de la goutte en présence ou non de l'additif selon l'invention contenu dans la solution.

On observe, dans l'eau salée seule, que la goutte d'huile est bien ronde et ne s'étale pas (figure 2). La roche est donc préférentiellement mouillable à l'eau. A partir de 0,3 g/l de PG8/10 dans la saumure, on observe un étalement de la goutte d'huile sur la roche et même une pénétration de cette dernière à 2 g/l de produit actif. Ces essais, non illustrés ici, confirment que le PG8/10 augmente la mouillabilité de la roche à l'huile.

Les tensions superficielle (saumure/air) et interfaciale (saumure/soltrol) ont été mesurées à 25°C. La saumure utilisée contient 40 g/l de NaCl et 5 g/l de KCl. Sans additif, la tension superficielle saumure/air est de 72 mN/m. En présence de 100 ppm d'additif, elle chute à 25 mN/m. Sans additif, la tension interfaciale saumure/soltrol est de 38 mN/m. En présence de 10 ppm d'additif, elle chute à 19 mN/m pour atteindre 14 mN/m avec 15 ppm d'additif. Les résultats montrent que le PG8/10 a une activité interfaciale certaine, puisqu'il peut abaisser la tension superficielle de l'eau à 25 mN/m, la tension interfaciale saumure/soltrol à 14 mN/m et ce, pour des concentrations faibles, inférieures à la CMC (concentration micellaire critique) du PG8/10 qui se situe à environ 100 ppm

### Exemple 5 : Essai sur longue carotte

L'efficacité de la présente invention est mise en évidence au travers d'un essai de simulation d'endommagement des réservoirs réalisé sur des échantillons de roche de 40 cm de long. Le détail de l'expérimentation peut être trouvé dans le document suivant, "Performance Evaluation and Formation Damage Potential of New Water Based Drilling Formulations", Argillier J-F, Audibert A., Longeron D. SPE Drilling and Completion, 14, n°4, 266-273, 1999. La roche utilisée est du grès de Claschach, de composition 94,7% quartz, 2,6% feldspar potassique, 0,5% chlorite, 0,7% illite (dont le mica). L'échantillon est placé en conditions dites de saturation irréductible en eau ( $S_{wi}$ ) par mise sous vide, saturation en saumure puis injection d'huile Soltrol 130 (environ 10 volumes de pores). La perméabilité à l'huile de l'échantillon est alors mesurée ( $K_o$  à  $S_{wi}$ ). L'échantillon de roche est mis au contact du fluide de forage et/ou d'interventions qui circule au droit de la face avant de l'échantillon selon les conditions suivantes : surpression de 0,35 à 2 MPa par palier de 0,5 MPa toutes les 2 minutes, puis stabilisation à 2 MPa où la boue circule à un débit de 5 l/mn. Lors de la filtration, de l'huile est produite en extrémité de l'échantillon, ce qui correspondant à l'envahissement de la carotte par le filtrat de la boue. L'essai est arrêté au « Break Through » du filtrat, c'est à dire à la sortie de la première goutte de filtrat au bout de la carotte.

La boue utilisée ici est une formulation commercialisée par la Société MI Drilling Fluids (USA) et contient : 6 g/l de Flovis (xanthane), 7 g/l de Flotrol (amidon), 20 g/l de NaCl, 20 g/l de KCl, 360 g/l de carbonate de calcium (Essai 1)

ou additionnée de 0,1 g/l de PG8/10 (Essai 2). Les résultats des deux essais sont donnés de manière comparative dans le tableau suivant :

	Essai 1	Essai 2
Porosité, ( $\phi$ %)	16.3	16.1
Perméabilité au gaz, kg (mD)	685	546
Perméabilité à l'eau, kw (mD)	533	416
Perméabilité à l'huile à Swi, koi (mD)	452	281
Perméabilité à l'huile après back flow, koi (mD)	176	206
% RP perméabilité retour	39	73
Sw après back flow (%)	27.8	29.5

- 5 On observe un écart significatif des perméabilités retour (après back-flow) lorsque la boue est additivée avec du PG8/10 et ce, particulièrement sur les premiers centimètres de la carotte. Ceci indique que lors du back flow, le milieu poreux se sature à nouveau en huile plus aisément dans le cas de la boue en présence d'additif. On constate donc que l'additif entraîné avec le filtrat bloque préférentiellement les
- 10 sites d'adsorption limitant ainsi les phénomènes d'adsorption/rétention des polymères contenus dans la boue, donc entraînés avec le filtrat au sein du milieu poreux. Ceci permet de limiter le blocage, ou le rétrécissement des pores par les polymères, et ainsi à améliorer la perméabilité à l'huile.

15

#### Exemple 6 : Passage de l'additif à travers le cake

- L'additif étant ajouté au fluide de forage ou au fluide de puits, il est indispensable qu'il puisse pénétrer dans la formation rocheuse perméable. Dans le cas d'un fluide de forage, il est indispensable que la molécule puisse passer à travers
- 20 le cake dans le filtrat. On a donc étudié le passage de la molécule à travers le cake.

Les essais présentés ci-dessous ont été effectués sur les boues GREEN BOND (70 g/l de Green Bond- bentonite commercialisée par la société SBF ; 1 g/l de PAC LV, 1 g/l de NaCl) et FLOPRO (exemple 3).

5 Dans un premier temps les boues sont centrifugées avec et sans PG8/10 afin de connaître l'adsorption du PG8/10 et des polymères sur l'argile. D'autre part, les boues sont filtrées pendant 30 minutes sous 0,7 MPa et à température ambiante. Toutes les solutions obtenues sont analysées au COT afin de pouvoir établir un bilan matière en ppm de carbone. Pour connaître la correspondance entre les ppm de molécule et de carbone, la courbe correspondante à l'étalonnage du PG8/10 a été obtenue.

10 Pour la boue Greenbond, les résultats montrent que 35% du PG8/10 s'adsorbe sur l'argile et sur les 65% restant, 84% passe à travers le cake.

Pour la boue FLOPRO, le bilan matière est plus complexe par la présence des polymères qui contribuent à la valeur de carbone mesurée dans le filtrat. Ceci dit, on observe en présence de PG8/10 une forte augmentation de carbone dans le filtrat qui est dû en grande partie à la présence de PG8/10 dans le filtrat.

Ces essais montrent qu'une partie des molécules de PG8/10 passe à travers le cake et seront donc disponibles pour modifier les saturations dans la formation pétrolière.

#### Exemple 7 : Compatibilité avec les constituants d'une boue de forage

On a vérifié la compatibilité du produit avec les différents constituants d'une boue. Pour ce faire, nous avons étudié les propriétés de la boue contenant l'additif en terme de rhéologie et de filtration. Les résultats de cette étude sur les boues GREEN BOND et FLOPRO avec et sans PG8/10, avant (A-V) et après vieillissement (P-V)

5 sont résumés dans le tableau suivant :

		A-V		P-V		A-V		P-V	
		Sans PG8/10	Avec PG8/10	Sans PG8/10	Avec PG8/10	Sans PG8/10	Avec PG8/10	Sans PG8/10	Avec PG8/10
		BOUE GREEN BOND				BOUE FLOPRO			
<b>Etude De la Viscosité</b>	V.A.	36	38	33	34	9	7	16	15
	V.P.	16	13	14	15	6	6	12	11
	Y.V.	40	42	38	38	6	2	8	8
	GEL 0/10	24\26	21\27	22\24	20\24	5\10	-\-	12\6	5\-
<b>Filtration</b>	Vfiltré 30 min	8 ml	8 ml	7 ml	7 ml	14 ml	14 ml	14 ml	14 ml

VA : viscosité apparente en centipoise ;

VP :viscosité plastique en centipoise ; (1 centipoise=0,001 Pa.s)

YV : yield value en lb/100ft<sup>2</sup>.

L'addition de 1 g/l de PG8/10 ne modifie pas significativement les propriétés

10 de filtration ou de rhéologie des boues testées, ce qui montre qu'un tel additif, tel que défini dans la présente invention, est compatible avec les constituants conventionnels des fluides de forage et/ou d'interventions.

## REVENDICATIONS

1) Méthode pour forer ou intervenir dans un puits traversant une formation  
 5 poreuse et perméable, dans laquelle un fluide de puits à base d'eau est en circulation  
 dans ledit puits, caractérisée en ce l'on ajoute audit fluide, en sus des constituants  
 conventionnels pour un tel fluide, au plus 10% en poids d'une composition obtenue  
 par glycérolyse, ou estérification directe, ou transestérification à partir d'une graisse  
 (ou d'une huile) et d'un alcool, les longueurs de chaînes des parties acide et alcool  
 10 sont choisies telles que l'ester ainsi obtenu présente une dispersion suffisante dans  
 l'eau, une compatibilité avec lesdits constituants, ne forme pas d'émulsion avec  
 l'huile du réservoir et s'adsorbe suffisamment sur la formation poreuse.

2) Méthode selon la revendication 1, dans laquelle ladite graisse (ou huile) est  
 15 végétale ou animale, notamment triglycérides ou acides gras, ou gamme équivalente  
 du ricin, ladite graisse ou huile a une longueur de chaîne comprise entre C6 et C22 et  
 de préférence comprise entre C6 et C12.

3) Méthode selon l'une des revendications 1 ou 2, dans laquelle lesdits alcools  
 20 sont des diols, triols, polyols, ou des polyalcoxydes mixtes.

4) Méthode selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle ladite  
 composition est un ester de polyglycérol et d'acide gras C8-C10.

5) Méthode selon la revendication 4, dans laquelle ledit polyglycérol comprend : entre 24 et 30% de glycérol, de préférence 27% ; entre 28 et 34% de diglycérol, de préférence 31% ; entre 20 et 26% de triglycérol, de préférence 23%,  
5 entre 9 et 15% de tétraglycérol, de préférence 12% ; entre 4 et 10% de pentaglycérol, de préférence 7%.

6) Méthode selon l'une des revendications précédentes dans laquelle ledit fluide de puits comporte au plus 1 g/l de ladite composition.

10

7) Fluide de puits à base d'eau comportant des constituants conventionnels, tels réducteur de filtrat, viscosifiant, alourdissant, caractérisé en ce qu'il comporte en sus, au plus 10% en poids d'une composition obtenue par glycérolyse, ou estérification directe, ou transestérification à partir d'une graisse (ou d'une huile) et  
15 d'un alcool, les longueurs de chaînes des parties acide et alcool sont choisies telles que l'ester ainsi obtenu présente une dispersion suffisante dans l'eau, une compatibilité avec lesdits constituants, ne forme pas d'émulsion avec l'huile du réservoir et s'adsorbe suffisamment sur la formation poreuse.

20

8) Fluide selon la revendication 7, dans lequel ladite graisse (ou huile) est végétale ou animale, notamment triglycérides ou acides gras, ou gamme équivalente du ricin, ladite graisse (ou huile) a une longueur de chaîne comprise entre C6 et C22

et de préférence comprise entre C6 et C12 et dans lequel lesdits alcools sont des diols, triols, polyols, ou des polyalcoxydes mixtes.

9) Fluide selon la revendication 8, dans lequel ladite composition est un ester  
5 de polyglycérol et d'acide gras C8-C10.

10) Fluide selon la revendication 9, dans lequel ledit polyglycérol comprend :  
entre 24 et 30% de glycérol, de préférence 27% ; entre 28 et 34% de diglycérol, de  
préférence 31% ; entre 20 et 26% de triglycérol, de préférence 23%, entre 9 et 15%  
10 de tétraglycérol, de préférence 12% ; entre 4 et 10% de pentaglycérol, de préférence  
7%.

11) Fluide selon l'une des revendications 7 à 9, qui comporte au plus 1 g/l de  
ladite composition.



The diagram illustrates a closed-loop hydraulic system. A pump (4) is connected to a pipe (1) that leads to a valve (2) located within a cylinder (3). The cylinder is connected to a tank (5) and a reservoir (6). The system is designed to maintain a constant fluid level in the reservoir.

A schematic diagram of a mechanical assembly, likely a valve or actuator, with various components labeled with numbers 11 through 15. The diagram shows a cross-section of a housing (11) containing a central shaft (12) with a handle (13) and a lever (14). A cable (15) is attached to the lever.

Figure 2

Attachment to PTO/SB/05 (4/98) Utility Patent Application  
Transmittal

1. METHOD AND FLUID FOR CHECKING THE SATURATION OF A FORMATION IN  
THE IMMEDIATE VICINITY OF A WELL